

EDICT OF GOVERNMENT

GB 18481 (2008) (Chinese): Indoor decorating and refurbishing materials - Limit of harmful substances of solvent based coatings for woodenware



BLANK PAGE



ICS 87.040
G 51



中华人民共和国国家标准

GB 18581-××××
代替GB 18581-2001

室内装饰装修材料
溶剂型木器涂料中有害物质限量

Indoor decorating and refurbishing materials—

limit of harmful substances of solvent coatings for woodenware

(征求意见稿)

××××-××- ××发布　　××××-××- ×× 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫局
发　布
中 国 国 家 标 准 化 管 理 委 员 会

前　言

本标准代替 GB18581—2001《室内装饰装修材料　溶剂型木器涂料中有害物质限量》。

本标准与 GB18581—2001 相比主要技术差异：

——适用范围明确为室内装饰装修和工厂化涂装用聚氨酯类、硝基类和醇酸类溶剂型木器涂料（包括底漆和面漆）及各类溶剂型腻子；

——适用范围中增加了各类溶剂型腻子，并对其规定了有害物质限量值；

——适用范围明确规定不适用辐射固化涂料；

——硝基类涂料增加甲醇含量控制项目；

——甲苯和二甲苯总和控制项目明确为甲苯、乙苯和二甲苯总和项目；

——将原标准游离甲苯二异氰酸酯含量控制项目改为游离二异氰酸酯(TDl+HDI）含量总和控制项目；

——增加了卤代烃含量控制项目；

——各类涂料中挥发性有机化合物、苯、甲苯、乙苯和二甲苯总和以及游离二异氰酸酯(TDl+HDI)的限量值更加严格；

——增加了挥发性有机化合物及挥发性有机化合物含量的定义，建立了相应的测试方法；

——建立了甲醇和卤代烃含量测试方法；

——修改完善了苯、甲苯、乙苯和二甲苯总和测试方法；

——修改完善了可溶性重金属测试方法。

本标准附录 A、附录 B、附录 C 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国涂料和颜料标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：

本标准参加起草单位：

本标准主要起草人：

本标准 2001 年 12 月 10 日首次发布，本次为第一次修订。

本标准委托全国涂料和颜料标准化技术委员会负责解释。

室内装饰装修材料
溶剂型木器涂料中有害物质限量

1 范围

本标准规定了室内装饰装修用聚氨酯类、硝基类和醇酸类溶剂型木器涂料和各类溶剂型腻子中对人体和环境有害物质容许限值的要求，试验方法、检验规则、包装标志、安全涂装及防护等内容。

本标准适用于室内装饰装修和工厂化涂装用聚氨酯类、硝基类和醇酸类溶剂型木器涂料（包括底漆和面漆）及各类溶剂型腻子。不适用于辐射固化涂料。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 1725 色漆、清漆和塑料—不挥发物含量的测定（GB/T 1725－2007，ISO 3251:2003，IDT）

GB/T3186 色漆和清漆及色漆和清漆用原材料——取样（GB/T 3186-2006，ISO 15528:2000，IDT）

GB/T6682 分析试验室用水规格和试验方法（GB/T6682－1992 neq ISO 3696:1987）

GB/T6750 色漆和清漆 密度的测定 比重瓶法（GB/T6750－2007，ISO 2811-1：1997，IDT）

GB/T9750 涂料产品包装标志

GB/T 9754 色漆和清漆 不含金属颜料的色漆漆膜的 20°、60° 和 85° 镜面光泽的测定

GB/T18446 色漆和清漆用漆基——多异氰酸酯树脂中单体二异氰酸酯的测定

GB 18582 室内装饰装修材料 内墙涂料中有害物质限量

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1 挥发性有机化合物(VOC) volatile organic compound(VOC)

在 101.3kpa 标准压力下，任何初沸点低于或等于 250℃的有机化合物。

3.2 挥发性有机化合物含量 volatile organic compound content

按规定的测试方法测试产品所得到的挥发性有机化合物的含量。

注 1：各类涂料和各类腻子的挥发性有机化合物的含量，以克每升（g/L）表示。

3.3 聚氨酯类涂料 polyurethane coatings

以由多异氰酸酯与含活性氢的化合物反应而成的聚氨（基甲酸）酯树脂为主要成膜物质的一类涂料。

3.4 硝基类涂料 nitrocellulose coatings

以由硝酸和硫酸的混合物与纤维素酯化反应制得的硝酸纤维素为主要成膜物质的一类涂料。

3.5 醇酸类涂料 aikyd coatings

以由多元酸、脂肪酸（或植物油）与多元醇缩聚制得的醇酸树脂为主要成膜物质的一类涂料。

4 要求

产品中有害物质限量应符合表 1 的要求：

表 1　有害物质限量的要求

项　目	限　量　值				
	聚氨酯类涂料		硝基类涂料	醇酸类涂料	腻子
	面漆	底漆			
挥发性有机化合物含量(VOC)[a]	光泽（60°）≥80，≤580(g/L) 光泽（60°）＜80，≤670(g/L)	≤670 (g/L)	≤720 (g/L)	≤500 (g/L)	≤550(g/L)
苯[a]/%	≤0.3				
甲苯、二甲苯、乙苯总和[a]/%	≤30		≤ 30	≤5	≤30

游离二异氰酸酯总和(TDI+HDI)[b]/%		≤ 0.4	—	—	—
甲醇[a]/%		—	≤0.3	—	≤0.3 （限硝基类腻子）
卤代烃[a,c]/%		≤0.1			
重金属（限色漆和腻子）/(mg/kg)	可溶性铅	≤90			
	可溶性镉	≤75			
	可溶性铬	≤60			
	可溶性汞	≤60			
a 按产品规定的配比和稀释比例混合后测定。如稀释剂的使用量为某一范围时，应按照推荐的最大稀释量稀释后进行测定。 b 如聚氨酯漆类规定了稀释比例或由双组分或多组分组成时，应先测定固化剂(含游离二异氰酸酯预聚物)的含量，再按产品规定的配比计算混合后涂料中的含量。如稀释剂的使用量为某一范围时，应按照推荐的最小稀释量进行计算。 c 包括二氯甲烷、二氯乙烷（1.1-二氯乙烷，1.2-二氯乙烷）、三氯甲烷（1.1.1-三氯甲烷，1.1.2-三氯甲烷）、三氯乙烷、四氯化碳。					

5 试验方法

5.1 取样

产品取样应按 GB/T3186 的规定进行。

5.2 试验方法

5.2.1 挥发性有机化合物含量（VOC）的测试按本标准中附录 A 的规定进行。

5.2.2 甲醇、苯、甲苯、乙苯和二甲苯含量的测试按本标准中附录 B 的规定进行。

5.2.3 固化剂中游离二异氰酸酯(TDI、HDI)含量的测试按照 GB/T18446-×××× 的规定进行

5.2.4 卤代烃含量的测试按本标准中附录 C 的规定进行。

5.2.5 可溶性重金属含量（铅、镉、铬和汞）的测试按 GB 18582 的规定进行。

6 检验规则

6.1 本标准所列的全部要求均为型式检验项目。

6.1.1 在正常生产情况下，每年至少进行一次型式检验。

6.1.2 有下列情况之一时应随时进行型式检验：

——新产品最初定型时；

——产品异地生产时；

——生产配方、工艺、关键原材料来源及产品施工配比有较大改变时；

——停产三个月后又恢复生产时。

6.2 检验结果的判定

6.2.1 检验结果的判定按 GB/T1250 中修约值比较法进行。

6.2.2 报出检验结果时应同时注明组分配比。

6.2.3 所有项目的检验结果均达到本标准的要求时，产品为符合本标准要求。

7 包装标志

7.1 产品包装标志除应符合 GB/T9750 的规定外，按本标准检验合格的产品可在包装标志上明示。

7.2 对于由双组分或多组分配套组成的涂料，包装标志上应明确各组分配比。对于施工时需要稀释的涂料。包装标志上应明确稀释比例。

8 涂装安全及防护

8.1 涂装时应保证室内通风良好。

8.2 涂装时施工人员应穿戴好必要的防护用品。

8.3 涂装完成后继续保持室内空气流通。

附录 A

（规范性附录）

挥发性有机化合物含量（VOC）的测定

A.1 原理

试样经气相色谱法测试，如未检测出含有沸点大于 250℃的有机化合物，所测试的挥发分数值即为产品的VOC 含量；如测试出含有沸点大于 250℃的有机化合物，则对试样中沸点大于 250℃的有机化合物进行定性鉴定和定量分析。从挥发分（V）中扣除试样中沸点大于 250℃化合物的含量（$V_{漆}$）即为产品的VOC 含量。

A.2 材料和试剂

A.2.1 载气：氮气，纯度≥99.995%；

A.2.2 燃气：氢气，纯度≥99.995%；

A.2.3 助燃气：空气；

A.2.4 辅助气体（隔垫吹扫和尾吹气）：与载气具有相同性质的氮气；

A.2.5 内标物：试样中不存在的化合物，且该化合物能够与色谱图上其它成分完全分离。纯度至少为 99%（质量分数）或已知纯度。例如：邻苯二甲酸二甲酯、邻苯二甲酸二乙酯等。

A.2.6 校准化合物：用于校准的化合物，其纯度至少为 99%（质量分数）或已知纯度。

A.2.7 稀释溶剂：用于稀释试样的有机溶剂，不含有任何干扰测试的物质。纯度至少为 99%（质量分数）或已知纯度。例如：乙酸乙酯等。

A.2.8 标记物：用于按 VOC 定义区分 VOC 组分与非 VOC 组分的化合物。本标准规定为己二酸二乙酯（沸点 251℃）。

A.3 仪器设备

A.3.1 气相色谱仪，具有以下配置

A.3.1.1 分流装置的进样口，并且汽化室内衬可更换；

A.3.1.2 程序升温控制器；

A.3.1.3 检测器

可以使用下列三种检测器中的任意一种：

A.3.1.3.1 火焰离子化检测器（FID）；

A.3.1.3.2 已校准并调谐的质谱仪或其他质量选择检测器；

A.3.1.3.3 已校准的傅立叶变换红外光谱仪（FT-IR 光谱仪）。

注：如果选用 A. 3.1.3.2 或 A. 3.1.3.3 检测器对沸点大于 250℃的有机化合物进行定性鉴定，仪器应与气相色谱仪相连并根据仪器制造商的相关说明进行操作。

A.3.1.4 色谱柱：聚二甲基硅氧烷毛细管柱；

A.3.2 进样器：微量注射器，10μl；

A.3.3 配样瓶：约 10ml 的玻璃瓶，具有可密封的瓶盖；

A.3.4 天平：精度 0.1mg。

A.4 气相色谱测试条件

色谱柱：聚二甲基硅氧烷毛细管柱，30m×0.25mm×0.25μm 或相当的型号；

进样口温度：300℃；

检测器：FID，温度：300℃；

柱温：起始温度 160℃保持 1min，然后以 10℃/min 升至 290℃保持 15min；

载气流速：1.2ml/min；

分流比：分流进样，分流比可调；

进样量：1.0μl。

注： 也可根据所用仪器的性能及待测试样的实际情况选择最佳的气相色谱测试条件。

A.5 测试步骤

A.5.1 密度

按产品明示的配比混合各组分样品，搅拌均匀后，按 GB/T 6750 的规定测定试样的密度（ρ）。试验温度：(23±2) ℃。

A.5.2 聚氨酯类涂料的光泽按 GB/T 9754 的规定进行，测试时将主剂与固化剂、稀释剂按产品明示的配比混合后，用槽深为(100±2)μm 的湿膜制备器制备样板。待样板干燥后，用 60° 镜面光泽计测试。

A.5.3 挥发分（V）

按产品明示的配比混合各组分样品，搅拌均匀后，按GB/T 1725的规定测定试样的挥发分（V）含量。试验条件：（105±2）℃/3h。

A.5.4 挥发性有机化合物（VOC）

A.5.4.1 试样中不含沸点大于250℃有机化合物的VOC含量的测定

如式样经A.5.4.2.2定性分析未发现含有沸点大于250℃的有机化合物，按公式（A.1）计算试样的VOC含量。

$$VOC = V \times \rho \times 1000 \quad \text{(A.1)}$$

式中：

VOC ——试样的VOC含量，单位为克每升（g/L）；

V ——试样中挥发分的质量分数；

ρ ——（23±2）℃时试样的密度，单位为克每毫升（g/ml）；

1000——转换因子。

A.5.4.2 试样中含沸点大于250℃有机化合物的VOC含量的测定

A.5.4.2.1 色谱仪参数优化

按 A.4 中的色谱测试条件，每次都应该使用已知的校准化合物对其进行最优化处理，使仪器的灵敏度、稳定性和分离效果处于最佳状态。

A.5.4.2.2 定性分析

将标记物注入色谱仪中，测定其在聚二甲基硅氧烷毛细柱上的保留时间，以便按3.1给出的VOC定义确定色谱图中的积分起点。

按产品明示的配比混合各组分样品，搅拌均匀后，将其注入色谱仪，记录色谱图，并对每种保留时间高于标记物的化合物进行定性鉴定。优先选用的方法是气相色谱仪与质量选择检测器（A.3.1.3.2）或FT-IR光谱仪（A.3.1.3.3）联用，并使用A.4中给出的气相色谱测试条件。

A.5.4.2.3 校准

A.5.4.2.3.1 如果适合校准用的化合物可购买到，应使用下列方法测定相对校正因子。

A.5.4.2.3.1.1 校准样品的配制：分别称取一定量（精确至 0.1mg）A.5.4.2.2鉴定出的各种校准化合物于配样瓶（A.3.3）中，称取的质量与待测试样中各自的含量应在同一数量级。再称取与待测化合物相同数量级的内标物（A.2.5）于同一配样瓶中，用适量稀释溶剂（A.2.7）稀释混合物，密封配样瓶，并摇匀。

A.5.4.2.3.1.2 相对校正因子的测试：在与测试试样相同的气相色谱测试条件下按 A.5.4.2.1 的规定优化仪器参数。将适当数量的校准化合物注入气相色谱仪中，记录色谱图，按公式（A.2）分别计算每种化合物的相对校正因子：

$$R_i = \frac{m_{ci} \times A_{is}}{m_{is} \times A_{ci}} \quad \cdots\cdots（A.2）$$

式中：

R_i——化合物i的相对校正因子；

m_{ci}——校准混合物中化合物i的质量，单位为克（g）；

m_{is}——校准混合物中内标物的质量，单位为克（g）；

A_{is}——内标物的峰面积；

A_{ci} ——化合物i的峰面积。

平行测试两次，R_i值取两次测试结果的平均值，其相对偏差应小于5%，保留三位有效数字。

A.5.4.2.3.2 若出现未能定性的色谱峰或者校准用的有机化合物未商品化，则假设其相对校正因子为1.0。

A.5.4.2.4 试样的测试

A.5.4.2.4.1 试样的配制：按产品明示的配比混合各组分样品，搅拌均匀。称取搅拌均匀后的试样2g(精确至0.1mg)以及与被测物相同数量级的内标物(A.2.5)于配样瓶（A.3.3）中，加入适量稀释溶剂（A.2.7）（以能进样为宜）于同一配样瓶中稀释试样，密封配样瓶，并摇匀。

A.5.4.2.4.2 按校准时的最优化条件设定仪器参数。

A.5.4.2.4.3 将标记物（A.2.8）注入气相色谱仪中，记录其在聚二甲基硅氧烷

毛细管柱上的保留时间，以便按 3.1 给出的 VOC 定义确定色谱图中的积分起点。

A.5.3.2.4.4 将 1.0μl 按 A.5.3.2.4.1 配制的试样注入气相色谱仪中，记录色谱图，并记录各种保留时间高于标记物的化合物峰面积，然后按公式（A.3）分别计算试样中所含的各种沸点大于 250℃化合物的质量分数。

$$V_{漆i}=\frac{m_{is}\times A_i\times R_i}{m_s\times A_{is}} \quad\text{（A.3）}$$

式中：

$V_{漆i}$——试样中沸点大于 250℃化合物 i 的质量分数，单位为克每克（g/g）；

R_i——化合物 i 的相对校正因子；

m_{is}——内标物的质量，单位为克（g）；

m_s——试样的质量，单位为克（g）；

A_i——化合物 i 的峰面积；

A_{is}——内标物的峰面积。

平行测试两次，$V_{漆i}$ 值取两次测试结果的平均值。

A.5.4.2.4.5 试样中沸点大于 250℃化合物的含量按公式（A.4）计算。

$$V_{漆}=\sum_{i=1}^{n}V_{漆i} \quad\text{（A.4）}$$

式中：

$V_{漆}$——试样中沸点大于 250℃化合物的质量分数。

A.5.4.2.5 试样中沸点小于等于 250℃ VOC 的含量按公式（A.5）计算。

$$VOC=(V-V_{漆})\times\rho\times 1000 \quad\text{（A.5）}$$

式中：

VOC——试样中沸点小于等于250℃的VOC含量，单位为克每升（g/L）；

V——试样中挥发物的质量分数；

$V_{漆}$——试样中沸点大于 250℃化合物的质量分数；

ρ——（23±2）℃时试样的密度，单位为克每毫升（g/ml）；

1000——转换因子。

A.6 精确性

A.6.1 重复性

同一操作者，在同一实验室内，使用同一仪器，在一定的时间间隔内，对同一试样进行测试所测得的结果的相对偏差应小于5%。

A.6.2 再现性

不同的操作者，在不同的实验室内，对同一试样进行测试所测得的结果的相对偏差应小于 10%。

附录B

（规范性附录）

甲醇、苯、甲苯、乙苯和二甲苯含量的测定

B.1 原理

试样经稀释后直接注入气相色谱仪中，经色谱柱分离后，用氢火焰离子化检测器检测，以内标法定量。

B.2 材料和试剂

B.2.1 载气：氮气，纯度≥99.995%；

B.2.2 燃气：氢气，纯度≥99.995%；

B.2.3 助燃气：空气；

B.2.4 辅助气体（隔垫吹扫和尾吹气）：与载气具有相同性质的氮气；

B.2.5 内标物：试样中不存在的化合物，且该化合物能够与色谱图上其它成分完全分离。纯度至少为99%（质量分数）或已知纯度。例如：正庚烷、正戊烷等。

B.2.6 校准化合物：甲醇、苯、甲苯、乙苯和二甲苯，纯度至少为99%（质量分数）或已知纯度。

B.2.7 稀释溶剂：用于稀释试样的有机溶剂，不含有任何干扰测试的物质。纯度至少为99%（质量分数）或已知纯度。例如：乙酸乙酯、正己烷等。

B.3 仪器设备

B.3.1 气相色谱仪，具有以下配置

B.3.1.1 分流装置的进样口，并且汽化室内衬可更换；

B.3.1.2 程序升温控制器；

B.3.1.3 检测器：火焰离子化检测器（FID）；

B.3.1.4 色谱柱：应能使被测物足够分离，如聚二甲基硅氧烷毛细管柱、6%腈丙苯基/94%聚二甲基硅氧烷毛细管柱、聚乙二醇毛细管柱或相当型号；

B.3.2 进样器：微量注射器，10μl；

B.3.3 配样瓶：约10ml的玻璃瓶，具有可密封的瓶盖；

B.3.4 天平：精度0.1mg。

B.4 气相色谱测试条件

色谱柱：聚二甲基硅氧烷毛细管柱，30m×0.25mm×0.25μm或相当型号；

进样口温度：240℃；

检测器温度：280℃；

柱温：初始温度50℃保持5min，然后以10℃/min升至280℃保持5min；

柱前压：35kPa；

分流比：分流进样，分流比可调；

进样量：1.0μl。

注： 也可根据所用仪器的性能及待测试样的实际情况选择最佳的气相色谱测试条件。

B.5 测试步骤

B.5.1 色谱仪参数优化

按 B.4 中的色谱测试条件，每次都应该使用已知的校准化合物对其进行最优化处理，使仪器的灵敏度、稳定性和分离效果处于最佳状态。

B.5.2. 校准

B.5.2.1 校准样品的配制：分别称取一定量（精确至 0.1mg）B.2.6 中的各种校准化合物于配样瓶（B.3.3）中，称取的质量与待测试样中各自的含量应在同一数量级；再称取与待测化合物相同数量级的内标物（B.2.5）于同一配样瓶中，用适量稀释溶剂（B.2.7）稀释混合物，密封配样瓶，摇匀。

B.5.2.2 相对校正因子的测试：在与测试试样相同的色谱测试条件下按 B.5.1 的规定优化仪器参数。将适当数量的校准化合物注入气相色谱仪中，记录色谱图。按公式（B.1）分别计算相对校正因子：

$$R_i = \frac{m_{ci} \times A_{is}}{m_{is} \times A_{ci}} \qquad \text{(B.1)}$$

式中：

R_i——甲醇、苯、甲苯、乙苯、二甲苯各自对应于内标物的相对校正因子；

m_{ci}——甲醇、苯、甲苯、乙苯、二甲苯校准混合物中各自的质量，单位为克（g）；

m_{is}——校准混合物中内标物的质量，单位为克（g）；

A_{is}——内标物的峰面积；

A_{ci} ——甲醇、苯、甲苯、乙苯、二甲苯校准混合物中各自的峰面积。

平行测试两次，R_i值取两次测试结果的平均值，其相对偏差应小于 5%，保留三位有效数字。

B.5.3 试样的测试

B.5.3.1 试样的配制：按产品明示的配比混合各组分样品，搅拌均匀。称取搅拌均匀后的试样 2g（精确至 0.1mg）以及与被测物相同数量级的内标物（B.2.5）于配样瓶（B.3.3）中，加入适量稀释溶剂（B.2.7）（以能进样为宜）于同一配样瓶中稀释试样，密封配样瓶，并摇匀。

B.5.3.2 按校准时的最优化条件设定仪器参数。

B.5.3.3. 将 1.0μl 按 B.5.3.1 配制的试样注入气相色谱仪中，记录色谱图，然后按公式（B.2）分别计算试样中所含被测物（甲醇、苯、甲苯、乙苯、二甲苯）的含量。

$$m_I = \frac{m_{is} \times A_i \times R_i}{m_s \times A_{is}} \times 100 \qquad \text{(B.2)}$$

式中：

m_i——试样中被测组分i的质量分数；

R_i——被测组分i的相对校正因子；

m_{is}——内标物的质量，单位为克（g）；

m_s——试样的质量，单位为克（g）；

A_i——被测组分i的峰面积；

A_{is}——内标物的峰面积。

注：如遇到采用B.4中的色谱测试条件不能有效分离被测物而难以准确定量时，可换用其它类型的色谱柱（见B.3.1.4所列）或色谱测试条件，使被测物有效分离后再定量。

平行测试两次，被测物含量取两次测试结果的平均值，其相对偏差应小于5%。

B.6 精确性

B.6.1 重复性

同一操作者，在同一实验室内，使用同一仪器，在一定的时间间隔内，对同一试样进行测试所测得的结果的相对偏差应小于5%。

B.6.2 再现性

不同的操作者，在不同的实验室内，对同一试样进行测试所测得的结果的相对偏差应小于10%。

附录C

（规范性附录）

卤代烃含量的测定

C.1 原理

试样经稀释溶剂稀释后直接注入气相色谱仪中，二氯甲烷、二氯乙烷、三氯甲烷、三氯乙烷、四氯化碳经毛细管色谱柱与其它组份完全分离后，用电子捕获检测器检测，以内标法定量。

C.2 材料和试剂

C.2.1 载气：氮气，纯度≥99.995%；

C.2.2 辅助气体（隔垫吹扫和尾吹气）：与载气具有相同性质的氮气；

C.2.3 校准化合物：用于校准的二氯甲烷、1.1-二氯乙烷、1.2-二氯乙烷、三氯甲烷、1.1.1-三氯乙烷、1.1.2-三氯乙烷、四氯化碳，纯度至少为99%（质量分数）或已知纯度；

C.2.4 稀释溶剂：适于稀释试样的有机溶剂，纯度至少为99%（质量分数）或已知纯度。例如：乙酸乙酯、正己烷等；

C.2.5 内标物：试样中不存在的化合物，且该化合物能够与色谱图上其它成分完全分离。纯度至少为99%（质量分数）或已知纯度。例如：溴丙烷。

C.3 仪器设备

C.3.1 气相色谱仪，具有以下配置：

C.3.1.1 分流装置的进样口，并且汽化室内衬可更换；

C.3.1.2 程序升温控制器；

C.3.1.3 电子捕获检测器（ECD）；

C.3.1.4 色谱柱：能使被测组分与其它组分完全分离的色谱柱，如(5%苯基)95%甲基聚硅氧烷毛细管柱或相当的型号；

C.3.2 进样器：10μL微量注射器；

C.3.3 配样瓶： 10ml玻璃瓶，具有可密封的瓶盖；

C.3.4 天平：精度0.1mg。

C.4 色谱分析条件

色谱柱：hp-5：(5%苯基)95%甲基聚硅氧烷毛细管柱，30m×0.25mm×0.25μm或相当的型号；

进样口温度：250℃；

柱温：初始温度40℃保持15min，再以10℃/min升至150℃保持2min，然后以50℃/min升至250℃保持2min；

检测器温度：300℃；

载气流速：2.0ml/min

分流比：分流进样，分流比可调；

注：也可根据所用气相色谱仪的型号、性能及待测试样的实际情况选择最佳的气相色谱测试条件。

C.5 测试步骤

C.5.1 色谱仪参数优化

按 C.4 给出的参考色谱条件，每次都应使用已知的校准化合物对其进行最优化处理，使仪器的灵敏度、稳定性和分离效果处于最佳状态。进样量和分流比应相匹配，以免超出色谱柱的容量，并在仪器检测器的线形范围内。

C.5.2 被测物保留时间的测定

按 C.5.1 将仪器调节至最佳状态，待仪器稳定后，注入 1.0μL 含所有被测物质的标准溶液。记录各被测物的保留时间， 各被测物质的出峰顺序及保留时间见图 1。

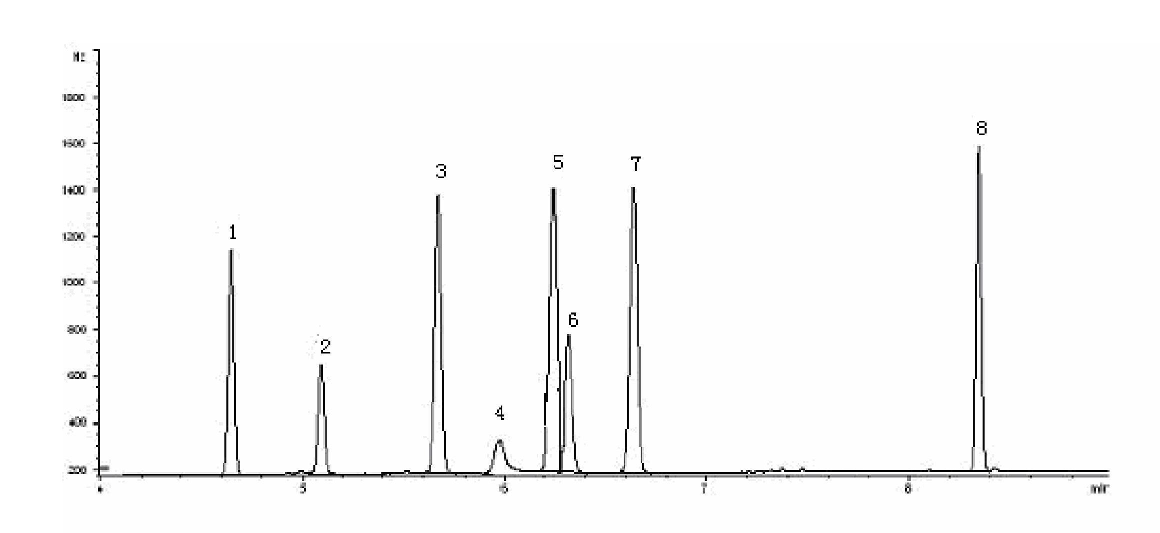


图 1　被测物在 HP-5 毛细管柱上的出峰顺序

峰 1—二氯甲烷、峰 2—1,1-二氯乙烷、峰 3—三氯甲烷、峰 4—溴丙烷、峰 5—,1,1-三氯乙烷、峰 6—1,2-二氯乙烷、峰 7—四氯化碳、峰 8—1,1,2-三氯乙烷。

C.5.3 定性样品中的被测组分：

称取 2g 左右的样品用适量稀释溶剂（C.2.4）稀释后，按 C.5.1 选定的测试条件进行检测，并确定出被测物质。

C.5.4 测定被测组分的相对校正因子

分别称取一定量（精确至 0.1mg）在 C.5.3 中鉴定出的各种被测组分的校准化合物于样品瓶（C.3.3）中，称取的质量与待测样品中各自的含量应在同一数量级，再称取与待测化合物相近数量级的内标物（C.2.5）于同一样品瓶中，用稀释溶剂（C.2.4）稀释混合物（其稀释浓度应在仪器检测器线性范围内，若超出应加大稀释倍数或逐级多次稀释），密封样品瓶并摇匀。

在与测试试样相同的色谱条件下按 C.5.1 的规定优化仪器参数，将适当数量的校准化合物注入气相色谱仪中，记录色谱图。

按公式（C.1）分别计算每种被测化合物的相对校正因子R_i：

$$R_i=\frac{m_{ci}\times A_{is}}{m_{is}\times A_{ci}} \quad \cdots\cdots（C.1）$$

式中：

R_i——化合物i的相对校正因子；

m_{ci}——校准混合物中化合物i的质量，g；

m_{is}——校准混合物中内标物的质量，g；

A_{is}——内标物的峰面积；

A_{ci}——化合物i的峰面积。

平行测试两次，R_i值取两次测试结果的平均值，其相对偏差应小于5%，保留三位有效数字。

C.5.5 试样的测定

C.5.5.1 准确称取2g左右的样品（精确至0.1mg）以及与被测物数量级相同的内标物于样品瓶（C.3.3）中，用适量稀释溶剂（C.2.4）稀释试样，密封样品瓶并混合均匀。待仪器稳定后注入1.0μL样品，记录色谱图，然后按公式（C.2）分别计算试样中被测物含量。

$$M_i=\frac{m_{is}\times A_i\times R_i}{m_s\times A_{is}}\times 100 \quad \cdots\cdots（C.2）$$

式中：

M_i——试样中被测组分i的质量分数，%；

R_i——被测组分i的相对校正因子；

m_{is}——内标物的质量，单位为克，g；

m_s——试样的质量，单位为克，g；

A_{is}——内标物的峰面积；

A_i——被测组分i的峰面积。

平行测试两次，被测物含量取两次测试结果的平均值，其相对偏差应小于5%。

C.5.5.2 按公式（C.3）计算试样中卤代烃含量$M_{卤代烃}$：

$$M_{卤代烃}=M_{二氯甲烷}+M_{1,1-二氯乙烷}+M_{1,2-二氯乙烷}+M_{1,1,1-三氯乙烷}+M_{1,1,2-三氯乙烷}+M_{四氯化碳}+M_{三氯甲烷} \quad \cdots\cdots（C.3）$$

计算结果保留二位有效数字。